

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DERWENT-ACC-NO: 1978-50982A

DERWENT-WEEK: 197828

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Microporous metal membrane for gas sepn. e.g. uranium isotopes - made by selective oxidn. of alloy and dissolution of the oxide

PATENT-ASSIGNEE: SUMITOMO ELECTRIC IND CO[SUME]

PRIORITY-DATA: 1971JP-0033081 (May 17, 1971)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 78018990 B	June 17, 1978	N/A	000	N/A
JP 48044699 A	June 27, 1973	N/A	000	N/A

INT-CL (IPC): B01D053/22, B01D059/14, B04B005/08, C22C001/08

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 78018990B

BASIC-ABSTRACT:

Method comprises heating alloy foil (e.g. Ag-Cd, Au-Cu, etc.) in an oxidising atmosphere to oxidise selectively one metal component of the alloy, and then dissolving the oxide. The foil can be made to thickness of <=10 mu, and has uniform pore size of 10-100 angstroms. Useful for fractionation of uranium isotopes, etc.

TITLE-TERMS: MICROPOROUS METAL MEMBRANE GAS SEPARATE URANIUM ISOTOPE MADE
SELECT OXIDATION ALLOY DISSOLVE OXIDE

DERWENT-CLASS: J01 K05 M14 P41

CPI-CODES: J01-E03; J01-J; K05-B04A; K08-X; M29-E;

公開特許公報

特許願 (4)

昭和46年5月27日

特許庁長官 佐々木 学殿

1. 発明の名称
ガス分離用隔膜の製造法2. 発明者
居所 埼玉県伊丹市昆陽字宮東1番地
住友電気工業株式会社伊丹製作所内
氏名 上條栄治 (ほか1名)3. 特許出願人
住所 大阪市東区北浜5丁目15番地
名所 (213) 住友電気工業株式会社
代表者 社長 阪本勇4. 代理人
住所 大阪市此花区恩貴島南之町60番地
住友電気工業株式会社内
(電話大阪 461-1031)
氏名 (7085) 弁理士青木秀実 (ほか1名)

5. 添付書類の目録

- (1) 明細書 1通
 (2) 図面 1通
 (3) 委任状 1通 46.5.18
 (4) 願書副本 1通 出願二項式
 46.033081 番査

明細書

1. 発明の名称

ガス分離用隔膜の製造法

2. 特許請求の範囲

合金箔を酸化性雰囲気内で加熱処理を行い、合金中の卑な金属のみを選択的に酸化させて2相分離を行わせかかる後該酸化物のみを選択的に溶出させてなる事を特徴とするガス分離用隔膜の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は微小孔径の細孔を有する隔膜、特に例えばウラン同位体のガス分離用として好適な平均孔径が数 10 \AA ～数 100 \AA の超微細孔を無数に有するガス分離用隔膜の製造法に関するものである。超微細孔の多孔質体の製造には超微粉末を成型焼結を行う方法が一般的である。しかし均一孔径、シャープな孔径分布を持つ多孔質体を得るには可能な限り球状のしかも均一粒度の粉末を調整する事が必要であり、工業的経済的にも非常に困難である。

⑪特開昭 48-44699

⑬公開日 昭48.(1973)6.27

⑪特願昭 46-33081

⑫出願日 昭46.(1971)5.17

審査請求 未請求 (全3頁)

庁内整理番号 ⑮日本分類

7158 41 136 E221.1

6703 41 13(D4)

6825 33 72 C6

7147 42 10 A0

充分に調整された粉末を用いても、なお粉末充填時のバラツキにより均一孔径を持つ多孔質体を製造する事は困難である。

更にかかる超微細孔隔膜の気体透過量を多くする為、隔膜の厚みは可能な限り薄い事が要求される。厚みとして 10μ 以下の隔膜を粉末冶金法で製作する事は、粉末充填、焼結時のバラツキにより大きなピンホールが生成する等の事があり、安定して均一な隔膜を製作する事が困難である。

粉末冶金法によりかかる隔膜を製作する場合の上記した様な各種の難点を克服し安定にしかも均一性能の隔膜を製作する新規な方法を提供するものである。

即ち一般の粉末冶金法で無く、一般の合金系極薄箔を製作し、各種の処理により、均一にコントロールされた隔膜を製作する新規の方法である。

一般に合金を酸化性雰囲気内で加熱して合金系の特定成分のみを選択的に酸化させ金属中に特定成分の酸化物粒子を均一に分散させる方法は、分散型合金の製造、並びにある種の電気接点材料の

製造法として周知の方法である。

一般に金属地中に均一に分散された特定成分の酸化物は、金属地中に独立して分散されているものと推定されて居たが、本発明者等は金属地のみを選択的に溶解させ、残つた酸化物を走査型電子顕微鏡にて、立体的に観察した結果、平面的には独立した分散を示しているが、立体的に酸化物粒子が網状に連結している事を発見した。従つてこの様に金属地中に分散した網状酸化物のみを選択的に除く事により、微細孔を持つ隔膜を製作出来る事を発見した。

なお金属地中に析出する網状酸化物の大きさは選択酸化処理温度、酸化雰囲気の酸素分圧を変化させる事によりコントロール出来る。

更に、地となる金属と酸化物となつて析出する金属の酸化物生成自由エネルギーの差が大きい合金系ほど析出酸化物は微細になる事を発見した。従つて希望する隔膜の孔径により任意に合金系を選択する事が出来る。

なお地となる金属の選択は、製作した隔膜の使用

-8-

実施例 1.

Ag-15% Cd 合金を一般の溶解鍛造法にて製作し、この合金を厚み 10μ にまで圧延した後より直径 $50mm\phi$ の円板を切り出しこれを 800°C の不活性雰囲気中で 2 時間溶体化処理を行つた後、1 気圧の酸化雰囲気中で $700^{\circ}\text{C} \times 5\text{H}$ 加熱、Ag 中の Cd を選択的に酸化させた。

内部酸化完了後の試料を 10 規定の硫酸水溶液にて、酸化カドミニームを除々に溶出処理を行つた。10 時間攪拌された硫酸水溶液に浸した後、蒸留水に変え 8 回洗滌をした後、煮沸蒸留水にて、硫酸根の検出が認められなくなるまで洗滌を行つた後、 100°C の乾燥炉にて真空乾燥を行い隔膜を製作した。この試料の比表面積を窒素ガス吸着法により求めた結果 $2.8 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ であり表面の電子顕微鏡観察により平均孔径約 150\AA の超微細孔が存在する事が解認された。

上記試料の Ar ガス透過係数は $1.8 \times 10^{-8} \text{ mol Ar}/\text{cm}^2 \cdot \text{cmHg} \cdot \text{min}$ の値を示し Ar^{40} 、 Ar^{36} の同位体分離効率を隔膜両面の圧力差 500Torr で測定した結果 98% の値を示した。

目的により、耐蝕性を要求される場合、高温使用が要求される場合等々により、任意に選択すれば良い。なお選択的に酸化させる溶質金属の組成を変化させる事により自由に隔膜の空孔率を変化させる事が出来る。

以下実施例に従つて本発明の方法を詳述する。

-4-

実施例 2.

Au-30% Cu 合金の厚み 10μ の箔を一般の方法にて製作し、実施例(1)と同様にして不活性雰囲気中に $700^{\circ}\text{C} \times 2\text{H}$ の溶体化処理を行つた。このものを 5 気圧に加圧された酸素雰囲気中にて $800^{\circ}\text{C} \times 5\text{H}$ の内部酸化処理を行い、合金成分中の銅のみを選択的に酸化させた。

このものを実施例(1)と同様に硫酸水溶液中に浸潤し、酸化銅のみを溶出させた。

溶出する時に溶出速度を早める為、温硫酸水溶液又は微細孔内への硫酸根の侵入を容易にする為、加圧する事も出来る。

以後水洗処理を充分に行い、真空乾燥処理を行つて試料とした。

この試料の比表面積は $2.8 \times 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ 試料で、表面の電子顕微鏡観察より平均直径約 100\AA の超微細孔が均一に存在する事が確認された。

このものの Ar ガスの透過係数、同位体の分離効率は $1.8 \times 10^{-8} \text{ mol Ar}/\text{cm}^2 \cdot \text{cmHg} \cdot \text{min}$ 及び 98% である事を確認した。

-5-

-472-

-6-

以上実施例に示し通りに、本方法は均一で、容易に孔径並びに孔数をコントロール出来る特徴を持つと共に、更に酸化処理前に円筒状、板状等任意の形状に容易に加工出来る利点がある。

なお、内部酸化処理後は分散型合金箔である為強度の変形加工は出来ないが、分散酸化物溶出後は容易に成型加工が出来る。等の有利な点もある。箔の厚みは10μ以下でも精度良い圧延機を使用すれば容易に可能であり更には電解研磨によつても隔膜厚みは数μオーダーまで下げられる為、ガス透過度を高める事が出来る。

しかし厚みを数μ台にすると、全体の強度が小さくなる為この様な箔状隔膜を孔径の大きな多孔質支持体に接着して2層構造として使用する事が必要である。

この場合酸化処理前に2層構造としておく事は不利である故、溶出液におかされない材料で例えば酸溶出の場合はアルミニニーム製支持体に、内部酸化後接着して後に析出酸化物を溶出しても良いし、酸化物溶出処理後の箔状隔膜の孔内に粘性の

高い液体又は固体等を充填して、支持多孔質体に圧着してかかる後充填物を抽出して利用する事も出来る。

実施例には2元合金箔の例のみ示したが3元4元合金箔を用いる事も可能でかかる多元合金箔の場合には孔径の変化出来る巾が大きくなり、各種孔径の隔膜を製作する事が出来る。従つて2元合金系のみに限定されるものでない。

なお合金系として貴金属系のみを実施例では示したが、卑金属系でも酸化処理時の酸素分圧をコントロールする事により可能である。

従つて貴金属系には限定されない。

なお酸化物の溶出処理は、溶出液を加熱してやる事も可能であり、溶出能力を高める事が出来る。又、微細孔への溶出液の浸入、酸化物溶出液の孔外への拡散を容易にする為、加圧、常圧のサイクルをくりかえし行う事も可能である。

代理人弁理士 青木秀実
代理人弁理士 吉竹昌

-7-

-8-

6. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

(2) 特許出願人

(3) 代理人

住所 大阪市此花区恩賜島南之町60番地
住友電気工業株式会社内
(電話大阪 461-1031)

氏名(5936)弁理士 吉竹昌